

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

출 원 번 호 : Application Number 10-2003-0021570

PRIORITY DOCUMENT SUBMITTED OR TRANSMITTED I COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

소 의 년 의 이

2003년 04월 07일

**Date of Application** 

인 :

APR 07, 2003

출 원 Applicant(s) 주식회사 나노신소재

Advanced Nano Products Co., Ltd.

2004

년 04

월 12

일

특

허

청

**COMMISSIONER** 





【서지사항】

【서류명】 명세서 등 보정서

【수신처】 특허청장

【제출일자】 2003.08.04

【제출인】

【명칭】 주식회사 나노신소재

【출원인코드】 1-2001-017347-1

【사건과의 관계】 출원인

【사건의 표시】

【출원번호】 10-2003-0021570

【출원일자】2003.04.07【심사청구일자】2003.04.07

【발명의 명칭】 적외선 차단제용 분말과 이를 이용한 적외선 차단용

액 및 적 외선 차단제

【제출원인】

【발송번호】 9-5-2003-0271283-24

【발송일자】2003.07.18【보정할 서류】명세서등

【보정할 사항】

【보정대상항목】 별지와 같음

【보정방법】 별지와 같음

【보정내용】 별지와 같음

【취지】 특허법시행규칙 제13조·실용신안법시행규칙 제8조의 규

정에의하여 위와 같 이 제출합니다. 제출인

주식회사 나노신소재 (인)

[수수료]

【보정료】 5,000 원

 【추가심사청구료】
 0
 원

 【기타 수수료】
 0
 원

【합계】 5,000 원

【첨부서류】 1. 보정내용을 증명하는 서류[특허청구범위]\_1통



【보정대상항목】 청구항 5

【보정방법】 정정

## 【보정내용】

제1항 내지 제3항 중의 어느 한 항에 따른 적외선 차단제용 분말과 용매, 전도성 고분자, 유기분산제 및 광개시제를 혼합하여 제조된 것을 특징으로 하는 적외선 차단액.



【보정대상항목】 청구항 1

【보정방법】 정정

#### 【보정내용】

상기 인듐염과 안티몬염 및 주석염을 각각 15 내지 90% : 1 내지 20% : 5 내지 80%의 중량비로 혼합하여 물에 녹인 후, 성장억제제와 염기성용액을 투여하여 분 말상태로 침전시키고, 상기 침전된 분말을 세척, 건조, 소결시켜 제조된 것을 특징으로 하는 적외선 차단제용 분말.

【보정대상항목】 청구항 2

【보정방법】 정정

【보정내용】

제1항에 있어서,

상기 인듐염과 안티몬염 및 주석염은 각각 질산인듐(In(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)과 염화안티몬 (SbCl<sub>3</sub>) 및 염화주석(SnCl<sub>2</sub>)인 것을 특징으로 하는 적외선 차단제용 분말.

【보정대상항목】 청구항 3

【보정방법】 정정

【보정내용】

제1항에 있어서,

상기 소결은 400~1000℃에서 산소가 차단된 수소가스 분위기에서 실시하는 것을 특징으로 하는 적외선 차단제용 분말.



【서지사항】

【서류명】 특허출원서

【권리구분】 특허

【수신처】특허청장【제출일자】2003.04.07

【발명의 명칭】 적외선 차단제용 분말과 이를 이용한 적외선 차단용액 및 적외

선 차단제

【발명의 영문명칭】 Powder isolating infrared rays, and solution using the

powder, and a isolating goods using the solution

【출원인】

【명칭】 주식회사 나노신소재

【출원인코드】 1-2001-017347-1

【대리인】

[성명] 김용효

 【대리인코드】
 9-1998-000107-7

 【포괄위임등록번호】
 2001-024199-1

【대리인】

【성명】 심재필

【대리인코드】9-1998-000643-1【포괄위임등록번호】2001-024201-1

【발명자】

【성명의 국문표기】 박장우

【성명의 영문표기】PAKR, JANG W00【주민등록번호】620709-1066822

【우편번호】 305-345

【주소】 대전광역시 유성구 신성동 160-1 한울아파트 109동 1604호

【국적】 KR

【발명자】

【성명의 국문표기】 김성률

【성명의 영문표기】KIM, SUNG RYUL【주민등록번호】750210-1168316

【우편번호】 130-090

【주소】 서울특별시 동대문구 휘경동 57번지 주공아파트 104동 703호

【국적】 KR



【발명자】

【성명의 국문표기】 최수미

【성명의 영문표기】 CHOL,SU MI

【주민등록번호】 770909-2408524

【우편번호】 302-210

【주소】 대전광역시 서구 복수동 계룡아파트 7동 101호

【국적】 KR

【우선권주장】

【출원국명】 KR

【출원종류】 특허

【출원번호】 10-2002-0027149

【출원일자】 2002.05.16

【증명서류】 미첨부

【심사청구】 청구

【취지】 특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의

한 출원심사 를 청구합니다. 대리인

김용효 (인) 대리인

심재필 (인)

【수수료】

【기본출원료】 20 면 29,000 원

【가산출원료】 13 면 13,000 원

 【우선권주장료】
 1
 건
 26,000
 원

【심사청구료】 10 항 429,000 원

【합계】 497,000 원

【감면사유】 소기업 (70%감면)

【감면후 수수료】 167,300 원

【첨부서류】 1. 소기업임을 증명하는 서류[추후제출]\_1통



#### 【요약서】

## [요약]

본 발명은 분말합성 단계에서 인듐(Indium:In)과 안티몬(Antimony:Sb), 그리고 주석
(Tin:Sn)을 적정 비율로 혼합하여 공침시켜 만든 주석안티모니도우프산화인듐(Indium
Antimony Tin Oxide: 이하 'IATO'라 약칭함)이라는 새로운 개념의 적외선 차단제용 분말 및이를 이용하여 가시광선파장의 빛은 투과시키고 열선영역의 근적외선은 효율적으로 차단하는 적외선 차단용액 및 적외선 차단제에 관한 것이다.

#### 【대표도】

도 1

#### 【색인어】

적외선 차단제용 분말, 적외선 차단용액, 적외선 차단제



#### 【명세서】

## 【발명의 명칭】

적외선 차단제용 분말과 이를 이용한 적외선 차단용액 및 적외선 차단제{Powder isolating infrared rays, and solution using the powder, and a isolating goods using the solution}
【도면의 간단한 설명】

도1은 본 발명의 실시예 3·5·7의 광투과 스펙트럼 곡선 도2는 본 발명의 비교예 2·4·6·8 의 광투과 스펙트럼 곡선 도3은 본 발명의 비교예 9·10 의 광투과 스펙트럼 곡선

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

보 발명은 분말합성 단계에서 인듐(Indium:In)과 안티몬(Antimony:Sb), 그리고 주석

(Tin:Sn)을 적정 비율로 혼합하여 공침시켜 만든 주석안티모니도우프산화인듐(Indium

Antimony Tin Oxide: 이하 'IATO'라 약칭함)이라는 새로운 개념의 적외선 차단제용 분말 및
이를 이용하여 가시광선화장의 빛은 투과시키고 열선영역의 근적외선은 효율적으로 차단하는

적외선 차단용액 및 적외선 차단제에 관한 것이다.



☞ 태양으로부터 오는 빛의 파장 중 150nm~380nm의 자외선은 물체를 변색시키거나 피부에 손상을 가져오며, 780nm~2300nm의 적외선의 경우 태양에너지의 53%에 해당하는 열에너지를 가 지고 있다.

- 따라서 가시광선 영역의 파장인 380mm에서 780mm의 파장에서는 높은 투과율을 나타내며, 자외선과 적외선은 효과적으로 차단을 할 수 있는 기능성 코팅재(차단제)가 필요하게 되었다.
- 기존 자동차용 썬팅 필름의 경우 자외선은 차단을 할 수 있으나, 낮은 투명성으로 인해가장 많은 열이 드나드는 전면창 유리에 적용하지 못하는 한계를 가지며, 또한 외부로부터의열을 효과적으로 차단하지 못하고 있다.
- ♥ 그러므로, 더운 여름철에는 불필요한 차량의 에어컨의 과작동으로 인한 에너지 손실이 막대하며, 그로 인한 환경오염 또한 크다.
- 겨울철의 실내 난방시 내부의 열은 대부분 유리창을 통해 손실되어 막대한 양의 에너지를 비효율적으로 사용하게 되는데 이러한 손실은 투명 열차단 코팅 필름을 유리창 등에 부착함으로써 막는 방법이 있다.
- 이를 위하여, 가시광선은 투과하고 적외선은 차단하는 기능을 보유한 투명피막으로 종래 알려져 있는 기술은, (a) 주석도우프산화인듐(Indium Tin Oxide: 이하 'ITO'라고 약칭)의 박막을 물리·화학적 방법으로 증착, 또는 스퍼터링공법(Sputtering Process) 등의 기상법에 의한 방식, (b) 안트라퀴논계,



나프탈로시아닌계, 시아닌계, 프탈로시아닌계, 금속착제계, 디임모늄계, 아조화합물, 구리화합물, 폴리메틴계, 트리페닐메탄계, 퀴논계등의 색소를 이용한 방법등이 알려져 있다.

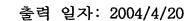
(a)방법의 경우 고진공 및 고도 정밀도의 대기 조절이 필요한 고가의 스퍼터링 장치를 사용하는 것이 요구되어 제조비용이 높고, 생산성에 문제점이 있으며, (b)방식의 경우 특정파 장대만의 적외선 흡수기능을 나타내어 광범위한 적외선차단효과는 기대할 수 없으며, 자외선, 열, 습도 등에 의하여 코팅면의 색상이 변화되고 적외선 차단 성능이 변화되는등의 문제점을 가지고 있다.

- 이에 따라 낮은 비용으로 대량생산이 가능한 주석도우프산화인듐(ITO) 초미립 분말 또는 안티몬도우프산화주석(Antimony Tin Oxide: 이하 'ATO'라고 약칭함)초미립 분말 및 금속산화물과 유·무기 염료 및 안료를 통한 근적외선 차폐 필터용 조성물이 개발되어 왔다(예, 일본특허: JP-A-7-24957, JP-A-7-70363, JP-A-70482, JP-A-7-445).
- <13> 그러나, 기존의 ITO 분말 및 ATO 분말을 이용한 방식은 1400nm 초과 파장의 근적외선 범위에서는 광투과율이 낮지만, 701~1399nm파장의 근 적외선 영역에서는 광투과율이 높으므로 효과적인 적외선 차단효과를 기대하기 어렵다.



- 또한, 금속산화물과 금속을 다층구조로 스퍼터링한 방식을 사용할 경우, 적외선 차단효과는 높힐 수 있으나 생산성이 낮고 제조비용 고가이며, 태양광 등을 반사시켜 반대편에서 눈부심 현상을 야기시키며, 야간에는 불빛 등이 선명히 보이지 않는 너울거림 현상이 발생하고 염분이 높은 지역에서는 피막이 부식되는 문제점을 가지고 있다.
- 이 밖에도 근적외선 흡수 염료 및 안료를 이용하는 방법도 최근 활발한 연구 개발이 이루어지고 있으나, 이 방식은 특정 파장대의 적외선 흡수성능으로 광범위한 적외선차단효과는 기대할 수 없으며 자외선, 열, 습기 등에 코팅면 색상변화 및 적외선 차단 성능 변화 등의 문제점을 가지고 있다.
- 또한, 금속 증착 필름이 형성된 유리 필터 및 금속 이온 함유 인산염 유리 필터가 공지되어 있다. 그러나, 이러한 방식은 제조 비용이 높다.

- <17> 일반적인 ITO 분말은 인듐(ln:Indiume)과 소량의 주석(Sn:Tin)의 수용염을 포함하는 수용액을 알칼리와 반응시켜서 인듐과 주석의 수산화물을 공침(共沈)시키고 이 공침물을 대기중에서 가열 소성해서 산화물로 만든다.
- 기상 그러나 이러한 방식으로 만들어진 ITO분말은 가시광선영역에서는 투명성이 우수하나, 적외선 차단효과는 1000nm이상에서 일어나므로, 효율적인 적외선 차단효과를 가지지 못한다.
- 또한, 이러한 ITO 분말은 파우더의 색상이 산화상태에 따라 노란색이거나 부분 환원된 경우 청색의 색상을 나타내는 것으로 널리 알리져있다.





- <20> 이러한 ITO분말을 입도 100nm이하로 분산하여 코팅액화 하여 기재에 코팅하였을 때, 맑은 색감이 아닌 백탁현상이 나타나며, 투명한 기재에 적용하는데 어려움이 있다.
- 스키스 그러므로 일반적인 공정으로 제조된 ITO분말이 아닌 우수한 적외선차단효과를 가진 ITO 분말의 개발에 관심을 가지게 되었으며, 공지된 특허 특01-0214428에서는 인듐과 주석의 공침 물을 가압불활성가스 분위기에서 소성하는 방식으로 적외선차단제용 ITO 분말을 만드는 방법이 기술되어 있다.
- 그러나, 이 방식은 가압조건이 5내지 60kgf/cm2의 고압에서 제조하므로 고가의 제조비용
  및 폭발 등의 안정성 문제 등 균일한 생산성을 기대하기 어렵다.

- 또한 부분 환원된 ITO 만을 단독으로 사용하였을 경우 발생되는 문제점은 색좌표 헤이즈 (haze) 의 문제 이외에도, 대기중에서 산화가 일어나는 문제점이 있다.
- ATO를 단독으로 사용할 경우에는 적외선 차단능력을 향상시키면 가시광선영역에서 투과율이 취저히 낮아져서 산업적으로 적용을 하는데 한계를 보이고 있다.
- 또한 각각의 ITO와 ATO 분말을 단순 혼합사용할 경우에는 ITO가 가지는 문제점을 ATO가 보충하자면 적정량이 함유되어야 하는데 그럴 경우 적외선 차단능력이 감소되는 현상과 가시광



선 투과율의 손상이 발생되며, 소량의 ATO가 혼합되면, ITO가 가지는 문제점(색좌표 헤이즈의 문제, 대기중에서의 산화)을 해결할 수 없다.

## 【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

본 발명은 상기와 같은 적외선 차단제가 갖는 문제점을 해결하기 위해서 안출한 것으로서, 가시광선영역에서는 투과율이 높고 적외선은 효율적으로 차단하며, 우수한 색감을 나타내고 안정된 적외선차단효과를 가지는 적외선 차단제용 분말과, 이를 이용한 적외선 차단용액및 이를 이용한 적외선 차단제를 제공하는 것을 목적으로 한다.

<27> 본 발명의 다른 목적은 저비용으로 대량생산이 가능한 적외선 차단제용 분말과 이를 이용한 적외선 차단용액 및 이를 이용한 적외선 차단제를 제공하는 것이다.

성기 목적을 달성하기 위해 다양한 연구를 수행한 결과, 일반적인 ITO 분말 및 ATO 분말을 가지고는 효과적인 근적외선 차단 효과를 기대하기 어렵다는 사실을 알았으며, 각각의 금속산화물이 가지고 있는 문제점을 해결하기 위하여 종래의 방식에서 탈피된 획기적인 방식을 채택하기에 이르렀다.



그리하여 이러한 일반적인 ITO 분말생산 방식이나 공지된 특허방식이 아닌 새로운 분말합성 방식으로 독자적인 고효율의 적외선 차단제용 분말을 새로이 만들어내기에 이르렀다.

○30 그리하여 본 발명은, 코팅기재에 적용을 하였을 때 나타날 수 있는 헤이즈(Haze) 및 색상의 변화·조절을 위하여 안티몬(Antimony)을 사용하고 적외선차단능력을 향상시키기 위해 주석(Tin)과 인듐(Indium)을 적용시키되, 단순히 ITO와 ATO의 혼합방식이 아닌 분말합성단계에서인듐, 안티몬, 주석을 적정비율로 모두 함께 공침시켜서 생성한 것으로서, 개별적인 주석도우프산화인듐(ITO)과 안티몬도우프산화주석(ATO)보다 우수한 기능성과 안정성을 갖는, 주석안티모니도우프산화인듐(IATO)분말이라는 적외선 차단제용 분말에 의하여 달성될 수 있는 바, 이하첨부된 도면을 참조로 하여 상세히 설명한다.

#### 【발명의 구성】

- 이하의 실시예와 비교예를 들어 본 발명을 설명하는데, 이것들이 본 발명을 한정하는 것은 아니다.
- <32> 실시예에 있어서, 제조된 각 샘플의 적외선 차단율, 가시광선 투과율 및 물성은 하기의 방법으로 측정 및 평가하였다.
- <3> 적외선 차단제용 분말, 적외선 차단제인 피막의 광투과 스펙트럼은 Shimadzu사 모델명
  UV-3100PC을 사용하여 2500nm의 파장대까지 측정하였으며, 색좌표 및 색순도의 측정은 PSI 사



DARSA-5000 System으로 측정, Haze는 Haze메터로 측정을 하였다. 막강도 측정은 (주)광학정밀 사의 연필경도 측정기로 측정하였다.

또한, 하기에 기술되는 IATO 분말 합성에서 인듐-안티몬-주석의 비율을 중량부 대비 90
 : 5 : 5(A), 45 : 5 : 50(B), 15 : 5 : 80(C)로 다양하게 조절하여 IATO 분말을 합성한다. 상기 혼합 비율은 본 발명을 예시하는 것일 뿐이며 본 발명을 한정하는 것은 아니다.

하기에 기술되는 적외선 차단용액의 제조에 있어서 적외선 차단제용 분말의 입경의 크기가 200nm이상일 경우 가시광선 영역에서 투명성의 손상과 헤이즈가 높아지는 문제가 발생하였으므로, 입경의 크기는 100nm이하로 조절하였다.

상기 입경의 크기가 200nm이상일 경우 가시광선 투과율은 40% 미만이었으며 또한 헤이즈가 높아서 실제 적용이 불가능하였다. 또한 입경의 크기가 5nm미만인 경우는 제조가 용이하지 못하여 생산성이 떨어진다.

실시예와 비교예에 있어서 막강도는 2H이상 헤이즈는 2미만이었으므로 따로 언급하지 않 , 았다.

38> [ 적외선 차단제용 분말의 합성 ]



- 본 발명에 따른 적외선 차단제용 분말은 인듐,안티몬, 주석을 사용 목적에 맞게 다양한 비율로 혼합하여 분말로 합성한 것이다.
- <40> 본 발명에 따른 적외선 차단제용 분말을 합성하기 위한 공침법에 사용되는 금속의 수용 성 화합물은 질화물, 염화물, 초산염, 황화물등이 사용된다.
- 또한 가수분해하여 공침시키는 염기성 수용액으로는 알칼리 금속의 수산화물, 아민류, 암모늄류 등이 다양하게 사용될 수 있으며, 또한 반응중 입자의 과도한 성장을 소듐 아세틸아 세토네이트, 폴리아크릴릭엑시드(분자량 2,000/알드리치사제품) 등과 같이 입자표면에 킬레이팅하는 물질들을 사용하여 효과적으로 제어할 수 있다.
- 즉, 본 발명에 따른 적외선 차단제용 분말은 인듐과 안티몬 및 주석의 수용성 화합물을 일정비율로 혼합하여 물에 녹인 후, 성장억제제를 투여하며 염기성 수용액을 투여하여 분말상 태로 침전시키며, 함수상태의 상기 공침 혼합물을 세척한 후 건조하여 산소가 차단된 수소가스 분위기에서 소결함으로써 생성한다.
- 이와 같이, 본 발명에 따른 적외선 차단제용 분말은 인듐(In)에 안티몬(Sb)과 주석(Sn)이 도핑(doping)되도록 인듐과 안티몬 및 주석의 수용성화합물을 모두 함께 공침함으로써 IATO(주석안티오미도우프산화인듐)라는 새로는 개념의 적외선 차단제용 분말을 제공하게 되는 것을 특징으로 한다.

이를 하기에 기술되는 실시예1에 의해 바람직한 일예를 들어 설명하되, 이에 앞서 하술되는 본 발명의 다양한 실시예들에서 예시적으로 선택적으로 사용된 조성물들에 대하여 다음과 같이 설명하나, 이는 일 예일뿐 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

적외선 차단제용 분말(IATO): 일차 입경은 10내지 50 나노미터(nm)의 크기를 가지는 초미립 분말.

46> 분산매: MEK(Methyl ethyl ketone) 25.2중량부와 톨루엔 10.8중량부.

<47> 수지 : 아크릴레이트 올리고머(SK UCB사 제품 EB-9970) 20중량부.

<48> 분산제: BYK-Chemie사의 Acetate 계의 disperbyk-170을 사용하였다.

<49> 광개시제 : -Hydroyketone 계인 Ciba사의 Irgacure 184를 사용하였다.

#### <50> [ 실시예 1 ]

이듐염과 안티몬염, 그리고 주석염의 비율이 각 각 15에서 90%: 1에서 20%: 5에서 80%
가 되도록 중량비 범위내에서 혼합하에 물에 녹인다.

바람직하게는 질산인듐(In(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)과 염화안티몬(SbCl<sub>3</sub>), 염화주석(SnCl<sub>2</sub>)을 90: 5: 5 의 비율(중량부 비) 로 혼합하여 물에 녹인다. 완전히 녹으면 성장억제제인 소듐아세틸아세토네이트를 투여하며 염기성용액인 가성소다 수용액을 당량비로 투여하여 분말 상태로 침전을 시킨다.



함수 상태의 상기 공침 혼합물을 증류수를 이용해 세척한 후 건조하여 400℃내지
 1000℃ 에서 산소가 차단된 수소가스 분위기에서 소결을 하면 환원형 IATO 분말(A)인 본 발명에 따른 적외선 차단제용 분말이 된다.

○54> 이때 소결의 온도는 400~800℃ 의 범위가 바람직하며, 1000℃ 가 넘어가면 입자지름이 현저하게 성장하여 분산이 어려워 페이스트화하여 코팅시 투명성에 손상을 가져오므로 바람직하기 않다.

<55> 이와 같은 본 발명의 적외선 차단제용 분말을 유기 또는 무기수지(매트릭스)에 분산시켜, 베이스기재위에 도포법에 의해 도포할 수 있는 적외선 차단용액을 또한 제공할 수 있다.

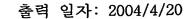
본 발명에 따른 적외선 차단용액은 상기와 같은 본 발명에 따른 적외선 차단제용 분말을 알콜, 물, 또는 유기용제등의 용매중 어느 하나 또는 혼합형태의 용매에 분산하여 제조할 수 있다.

⋖57> 이를 좀더 상세하게 설명하면 하기와 같다.



- <58> [ 적외선 차단용액 제조방법 ]
- <59> 다양한 비율로 합성된 본 발명에 따른 상기의 적외선 차단제용 분말(IATO)을 용매와 전 도성 고분자와 혼합하여 적외선, 자외선 차폐 코팅액을 만든다.
- <60> 용액내의 IATO의 함량은 10내지 90 중량%이고, 고분자 수지를 포함하는 용매의 함량이 10내지 90 중량%이다. 또한 밀착성 및 저장 안전성 증진제인 유기 분산제는 1~10 중량% 이고, 광개시제는 0.1~10 중량%을 포함하는 분산액을 제공한다.
- 성1> 본 발명은 가시광선 영역에서의 투명성이 뛰어나며 자외선/적외선 영역에서 우수한 차폐율을 보이며, 또한 저장 안전성과 막강도가 우수하고 코팅성이 뛰어나다.

- 용매는 물 또는 알코올 및 유기용제 등 환경에 악영향이 없는 용매 중 어느 것을 사용하여도 상관없다.
- 여장 유기용매로서 알콜류(메탄올, 에탄올, 이소프로판올, 부탄올, 에틸셀로솔브, 메틸셀로솔브, 디아세톤알콜등), 케톤류(메틸 에틸 케톤, 이소부틸 케톤, 메틸 이소부틸 케톤 등), 벤젠류(벤젠, 톨루엔, 자일렌 등)가 사용될 수 있으나 본 발명은 이들 용매들에 한정하지 않는다.
- <64> 이러한 유기용매를 단독으로 사용하거나, 비점이 서로 다른 용매를 두 개 이상 혼합하여
  사용하면 코팅막의 균일함을 유지할 수 있다.
- <6> 유기 또는 무기 수지로는 예를 들어 광중합성 프리폴리머 또는 광중합성 모노머를 들 수 있다.





상기 광중합성 프리폴리머는 라디칼 중합형과 카티온 중합형이 있고, 라디칼중합형의 광 중합성 프리폴리머로서는 폴리에스테르아크릴레이트계, 에폭시아크릴레이트계, 우레탄아크릴레이트계, 폴리올아크릴레이트계 등을 들 수 있다.

<67> 이들 광중합성 프리폴리머는 1종류를 사용해도 되고 2종 이상을 혼합해서 사용해도 된다.

이들의 광중합성 모노머는 1종류 사용해도 되고, 2 종류 이상을 조합해서 사용해도 되고, 또 상기 광중합성 프리폴리머와 병용해도 된다.



○ 광중합개시제로서는 라디칼 중합형의 광중합성 프리폴리머나 중합성 모노머에 대해서는 벤조인, 벤조인메틸에테르, 벤조인에틸에테르, 벤조인이소프로필에테르, 벤조인-n-부틸에테르, 벤조인이소부틸에테르, 아세토페논, 디메틸아미노아세토페논, 2,2-디메톡시-2페닐아세토페논, 2-메틸-1[4-(메틸티오)페닐]-2모르폴리노-프로판-1-온, 4-(2-히드록시에톡시)페닐-2(히드록시 -2-프로필)케톤, 벤조페논, P-페닐벤조페논, 디클로로벤조페논, 2-메틸안트라퀴논, 아세트페논 디메틸케탈, P-디메틸아민안식향산 에스테르 등을 들 수 있으며;

71> 카티온 중합형의 광중합성 프리폴리머에 대한 광중합개시제로서는 방향족 술포늄이온, 방향족 옥소술포늄이온, 방향족 요우드늄이온등의 오늄과 테트라플루오르보레이트, 헥사플루오 르포스페이트, 헥사플루오르안티모네이트, 헥사플루오르아르세나트 등의 음이온으로 이루어진 화합물등을 들수 있다.

이들은 1종류 사용해도 되고, 2종 이상 조합해서 사용해도 되고, 또 그 배합량은 상기 광중합 프리폴리머 및 광중합성 모노머 100중량부에 대해 통상 0.2~10 중량부의 범위에서 사용된다.

이에 따른 본 발명의 적외선 차단용액의 구체적인 일예를 하기의 실시예2를 통하여 설명한다.

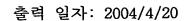
<74> [ 실시예 2 ]



◇75> 상기 실시예 1에서 합성된 적외선 차단제용 분말(IATO) 40중량부를 메틸에틸케톤(Methyl ethyl ketone) 25.2중량부와 톨루엔 10.8중량부를 섞은 용매에 섞는다. 아크릴레이트 올리고머(SK UCB사 제품 EB-9970) 20중량부를 이와 섞고, 분말의 7내지 8%에 해당되는 양의 분산제 3중량을 넣은 후 볼밀기를 이용하여 코팅액으로 분산시킨다.

이 페이스트형태의 적외선 차단용액이 제조된다.

- <77> 또한 본 발명은 상기와 같은 적외선 차단용액을 이용하여 적외선 차단제를 제공하게 된다.
- 본 발명에 따른 적외선 차단제는 상기의 IATO분말을 유기 또는 무기 수지(매트릭스)에 분산시켜, 베이스기재위에 도포법에 의해 도포 후 건조 및 경화 공정을 거쳐 피막으로 형성한 것이다.
- <79> 즉, 적외선 차단용액을 베이스기재위에 도포하여 피막으로 형성한 것이다.
- 이때 베이스개재의 어느 일면 또는 양면에 도포하여 피막으로 코팅할 수 있으며, 이러한 코팅면 또는 그 반대쪽 면에 점착층을 형성할 수 있다.





- (81) 도포법으로는 바코트법, 스크린 인쇄법, 리버스 코트법, 그라비어 코트법, 다이코트법, 를 코트법, 나이프코트법, 블레이드코트법 등을 사용해서 코팅을 하며, 열 경화나 UV(Ultraviolet)를 조사하여 코팅막을 형성할 수 있다.
- 예가 비이스기재는 특별히 한정되지 않으며, 본 발명에 따른 적외선차단제는 투명성을 가지므로 가급적 투명한 기재인 플라스틱, 유리, 세라믹 등에 적용할 경우 효과를 극대화할 수 있다.
- 이하의 실시예와 비교예를 들어 본 발명을 설명하는데, 이것들이 본 발명을 한정하는 것은 아니다.

#### <84> [실시예 3]

- ②5> 실시예 2에서 합성된 적외선 차단용액을 바코터를 이용하여 폴리에틸렌테레프탈레이트 (PET) 필름위에 도포하고 100℃ 에서 3분간 건조시켜 두께 3 /m의 IATO 분말이 함유된 피막인 적외선 차단제를 형성하였다.
- ※6> 표1에서와 같이 형성된 피막의 광학특성은 가시광선영역의 투과율이 75% 이상이며 1000nm에서 적외선 투과율이 20%이하인 우수한 적외선 차단기능을 갖고 있다.
- 영성된 피막의 xy색도 도면상의 x값은 0.3043 y값은 0.3281 이었으며, 색순도는 18.2였다.



#### <88> [ 실시예 4 ]

질산인듐(In(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)과 염화안티몬(SbCl<sub>3</sub>), 염화주석(SnCl<sub>2</sub>)을 45: 5: 50(B)의 비율로 변 경한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 IATO분말(B)을 제조한다.

#### <90> [ 실시예 5 ]

- 《91》 실시예 4에서 얻어진 IATO분말(B)을 실시예 3과 동일한 방법으로 페이스트상태의 코팅액을 제조하여 적외선 차단제인 피막을 형성하였다. 표1에서와 같이 형성된 피막의 광학특성은 가시광선영역의 투과율이 75% 이상이며 1000nm에서 적외선 투과율이 50%이하인 우수한 적외선 차단기능을 갖고 있다.
- <92> 형성된 피막의 xy색도 도면상의 x값은 0.3109 y값은 0.3319 이었으며, 색순도는 16.1이 었다.

#### <93> [ 실시예 6 ]

○4▷ 질산인듐(In(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)과 염화안티몬(SbCl<sub>3</sub>), 염화주석(SnCl<sub>2</sub>)을 15 : 5 : 80 의 비율로 변경하였으며 성장억제제로 폴리아크릴릭엑시드를 사용하고 실시예 1과 동일한 방법으로 환원형 IATO 초미립 분말(C)을 제조한다.



## <95> [ 실시예 7 ]

실시예 6에서 얻어진 환원형 IATO분말(C)을 실시예 3와 동일한 방법으로 페이스트상태의 적외선 차단용액을 제조하여 피막으로 적외선 차단제를 형성하였다. 표1에서 보듯이 형성된 피막(적외선 차단제)의 광학특성은 가시광선영역의 투과율이 75% 이상이며 1000nm에서 적외선 투과율이 65%이하인 적외선 차단기능을 갖고 있다.

<97> 형성된 피막의 xy색도 도면상의 x값은 0.3041 y값은 0.3278 이었으며, 색순도는 14.5였다.

## <98> [ 비교예 1 ]

실산인듐(In(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)과 염화주석(SnCl<sub>2</sub>)을 90 : 10 의 비율로 혼합하여 물에 녹인다.

완전히 녹으면 성장억제제인 소듐아세틸아세토네이트를 투여하며 염기성용액인 가성소다 수용액을 당량비로 투여하여 분말 상태로 침전을 시킨다.

함수 상태의 상기 인듐-주석 공침 혼합물을 증류수를 이용해 세척한 후 건조하여 400내 지 1000℃ 에서 산소가 차단된 수소가스 분위기에서 소결을 하면 푸른색의 환원형 ITO 분말
 (D)이 된다. 이때 소결의 온도는 400~800℃ 의 범위가 바람직하며, 1000℃ 가 넘어가면 입자 지름이 현저하게 성장하여 분산이 어려워 페이스트화하여 코팅시 투명성에 손상을 가져오므로 바람직하기 않다.

## <102> [비교예2]



네고예 1에서 얻어진 인듐: 주석의 비가 90: 10인 환원형 ITO 초미립분말 40중량부를 실시예 2와 동일한 방법으로 페이스트 코팅액을 제조하였다.

- 이 페이스트 코팅액을 바코터를 이용하여 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 필름 위에 도 포하고 100℃ 에서 건조시켜 두께 3 ㎞의 ITO 분말이 함유된 피막을 형성하였다.
- <105> 형성된 피막의 광학특성은 가시광선영역의 투과율이 80% 이상이며 1000nm에서 적외선 투과율이 60% 이상인 적외선 차단기능을 갖고 있다.
- <106> 형성된 피막의 xy색도 도면상의 x값은 0.3229, y값은 0.3416이었으며, 색순도는 3.2로 낮은 값이었으며, 시인성이 매우 불량하였다.

#### <107> [ 비교예 3 ]

- <108> 질산인듐(In(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)과 염화주석(SnCl<sub>2</sub>)을 95 : 5 (E)의 비율로 혼합하여 물에 녹인다.
  완전히 녹으면 성장억제제인 폴리아크릴릭엑시드를 투여하며 염기성용액인 가성소다 수용액을
  당량비로 투여하여 분말 상태로 침전을 시킨다.
- 함수 상태의 인듐-주석의 공침 혼합물을 증류수를 이용해 염기성 용액을 완전히 세척한 후 건조하여 400내지 1000℃ 에서 산소가 차단된 수소가스 분위기에서 소결을 하면 푸른색의 환원형 ITO 분말이 된다. 이때 소결의 온도는 400~800℃ 의 범위가 바람직하며, 1000℃ 가 넘어가면 입자지름이 현저하게 성장하여 분산이 어려워 페이스트화하여 코팅시 투명성에 손상을 가져오므로 바람직하기 않다.



#### <110> [ 비교예 4 ]

- 네고예 3에서 얻어진 인듐 : 주석의 비가 95 : 5인 환원형 ITO 초미립분말 40중량부를
  실시예 2와 동일한 방법으로 페이스트 코팅액을 제조하였다.
- 이 페이스트 코팅액을 바코터를 이용하여 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 필름위에 도포하고 100℃ 에서 건조시켜 두께 3 ㎞의 ITO 분말이 함유된 피막을 형성하였다. 형성된 피막의 광학특성은 가시광선영역의 투과율이 75% 이상이며 1000nm에서 적외선 투과율이 65%이상인 적외선 차단기능을 갖고 있다.
- <113> 형성된 피막의 xy색도 도면상의 x값은 0.3223, y값은 0.3427이었으며, 색순도는 3.4로 낮은 값이었으며, 시인성이 매우 불량하였다.

#### <114> [ 비교예 5 ]

- <115 질산인듐(In(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)과 염화주석(SnCl<sub>2</sub>)을 90 : 10 비율로 혼합하여 물에 녹인다. 완전히 녹으면 성장억제제인 소듐아세틸아세토네이트를 투여하며 염기성용액인 가성소다 수용액을 당 량비로 투여하여 분말 상태로 침전을 시킨다.
- 함수 상태의 상기 인듐-주석 공침 혼합물을 증류수를 이용해 염기성 용액을 완전히 세 착한 후 건조하여 400내지 1000℃ 에서 산소분위기에서 소결을 하면 노란색의 산화형 ITO 분 말(F)이 된다. 이때 소결의 온도는 400~800℃ 의 범위가 바람직하며, 1000℃ 가 넘어가면 입 자지름이 현저하게 성장하여 분산이 어려워 페이스트화하여 코팅시 투명성에 손상을 가져오므로 바람직하기 않다.



#### <117> [ 비교예 6 ]

- 시교예 5에서 얻어진 인듐 : 주석의 비가 90 : 10인 산화형 ITO 초미립분말(F) 40중량부를 실시예 2와 동일한 방법으로 페이스트 코팅액을 제조하였다.
- <119> 이 페이스트 코팅액을 바코터를 이용하여 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 필름위에 도포하고 100℃ 에서 건조시켜 두께 3 ㎞의 ITO 분말이 함유된 피막을 형성하였다. 형성된 피막의 광학특성은 가시광선영역의 투과율이 75% 이상이며 1000nm에서 적외선 투과율이 70%이상인 적외선 차단기능을 갖고 있다.
- <120> 형성된 피막의 xy색도 도면상의 x값은 0.3223, y값은 0.3422이었으며, 색순도는 3.1로 낮은 값이었으며, 시인성이 매우 불량하였다.

## <121> [비교예7]

- <122> 염화안티몬(SbCl<sub>3</sub>)과 염화주석(SnCl<sub>2</sub>)을 20 : 80 의 비율로 혼합하여 물에 녹인다. 완전히 녹으면 성장억제제인 폴리아크릴릭엑시드를 투여하며 염기성용액인 가성소다 수용액을 당량비로 투여하여 분말 상태로 침전을 시킨다.
- <123> 함수 상태의 안티몬-주석 공침 혼합물을 증류수를 이용해 염기성 용액을 완전히 세척한 후 건조하여 400내지 1000℃ 에서 산소가 차단된 수소가스 분위기에서 소결을 하면 짙은 푸른 색상의 환원형 ATO 초미립분말(G)이 된다. 이때 소결의 온도는 400~800℃ 의 범위가 바람직



하며, 1000℃ 가 넘어가면 입자지름이 현저하게 성장하여 분산이 어려워 페이스트화하여 코팅 시 투명성에 손상을 가져오므로 바람직하기 않다.

## <124> [비교예8]

- 시예 4와 동일한 방법으로 페이스트 코팅액을 제조하였다. 이 페이스트 코팅액을 바코터를 이용하여 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 필름위에 도포하고 100℃ 에서 건조시켜 두께 3 ㎞의
  ATO 분말이 함유된 피막을 형성하였다.
- <126> 형성된 피막의 광학특성은 가시광선영역의 투과율이 75% 이상이며 1000nm에서 적외선 투과율이 65%이상인 적외선 차단기능을 갖고 있다.
- <127> 형성된 피막의 xy색도 도면상의 x값은 0.2833, y값은 0.3088이었으며, 색순도는 7.8 이었다.

#### <128> [비교예9]

- <129> 비교예 1에서 얻어진 환원형ITO 초미립 분말과 비교예 7에서 얻어진 ATO초미립분말을 7
  : 3의 비율로 혼합한 후 실시예 2와 동일한 방법으로 페이스트 코팅액을 제조하였다.
- <130> 이 페이스트 코팅액을 바코터를 이용하여 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 필름위에 도포하고 100℃ 에서 건조시켜 두께 3 μm의 ITO와 ATO 분말이 함유된 피막을 형성하였다. 형성된

피막의 광학특성은 가시광선영역의 투과율이 75% 이상이며, 1000nm에서 적외선 투과율이 60%이상인 적외선 차단기능을 갖고 있다.

131> 형성된 피막의 xy색도 도면상의 x값은 0.3201, y값은 0.3371이었으며, 색순도는 4.8 로 낮은 값이었으며, 시인성이 매우 불량하였다.

#### :132> [비교예 10]

비교예 1에서 얻어진 환원형ITO 초미립 분말과 비교예 7에서 얻어진 ATO초미립분말을 5: 5의 비율로 혼합한 후 실시예 2와 동일한 방법으로 페이스트 코팅액을 제조하였다.

이 페이스트 코팅액을 바코터를 이용하여 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET) 필름위에 도포하고 100℃ 에서 건조시켜 두께 3 ㎞의 ITO와 ATO 분말이 함유된 피막을 형성하였다. 형성된 피막의 광학특성은 가시광선영역의 투과율이 75% 이상이며 1000nm에서 적외선 투과율이 65%이상인 적외선 차단기능을 갖고 있다.

<135> 형성된 피막의 xy색도 도면상의 x값은 0.3031, y값은 0.3241이었으며, 색순도는 5.7로 낮은 값이었으며, 시인성이 불량하였다.

<136>

088

371

241

4.8

5.7

0.3

0.3

833

201

031

0.3

0.3

37

33



적외선 잭도 가시광선 ху 입경 137> 차폐율(%) X 값 색순 투과율 Y 값 분 NO 분말 type (nm) (1000nm) (%) 18.2 82 0.3 0.3본 발명의 75 75 043 281 IATO분말(A) 0.3 0.3 58 16.1 78 70 실시예 본 발명의 109 319 IATO분말(B) 37 0.3 0.3 14.5 80 본 발명의 78 6 278 041 IATO분말(C) 0.30.3 3.2 38 81 65 2 환원형 229 416 ITO분말(D) 0.3 3.4 0.3 75 35 73 환원형 427 223 ITO분말(E) 32 0.3 0.3 3.1 73 77 산화형 6 비교예 223 ITO분말(F) 0.3 7.8 0.234 65 78 환원형 8

75

79

## 【발명의 효과】

9

10

ATO분말(G)

OTA:OTI

혼합형(7:3)

혼합형(5:5)

ITO: ATO

75

65

이상에서와 같이 본 발명은 인듐과 안티몬 및 주석의 수용성화합물을 모두 함께 공침함으로써 주석안티모미도우프산화인듐이라는 새로는 개념의 적외선 차단제용 분말을 제조하여 이를 이용하여 적외선 차단용액과 적외선 차단제를 제공함에따라, 가시광선영역에서는 투과율이높고 적외선은 효율적으로 차단하며, 우수한 색감을 나타내고 안정된 적외선차단효과를 제공할수 있게된다.



139> 또한 인듐과 안티몬 및 주석의 조성비율의 조절을 통해 다양한 적외선차단기능과 색감 및 투명성이 우수한 양질의 적외선 차단제를 저비용으로 대량생산할 수 있는등 실로 다대한 효과를 제공하게 되는 것이다.



#### 【특허청구범위】

#### 【청구항 1】

인듐과 안티몬 및 주석의 수용성 화합물을 모두 함께 공침시켜서 된 것을 특징으로 하는 적외선 차단제용 분말

#### 【청구항 2】

제1항에 있어서;

인듐염과 안티몬염, 그리고 주석염의 비율이 각각 15 내지 90%: 1 내지 20%: 5 내지 80% 가 되도록 중량비 범위내에서 혼합한 후 공침시켜서 된 것을 특징으로 하는 적외선 차단제용 분말.

#### 【청구항 3】

제1항에 있어서;

인듐과 안티몬 및 주석의 수용성 화합물을 일정비율로 혼합하여 물에 녹인 후, 성장억제 제를 투여하며 염기성 수용액을 투여하여 분말상태로 침전시키며, 함수상태의 상기 공침 혼합물을 세척한 후 건조하고 환원성 가스분위기에서 소결함으로써 된 것을 특징으로 하는 적외선차단제용 분말.

## 【청구항 4】

제1항 내지 제3항 중의 어느 한 항에 따른 적외선 차단제용 분말을 알콜, 물, 또는 유기용제등의 용매중 어느 하나 또는 혼합형태의 용매에 분산하여서 된 것을 특징으로 하는 적외선 차단용액.



#### 【청구항 5】

제1항 내지 제3항 중의 어느 한 항에 따른 적외선 차단제용 분말과 유기용매와 투명 고분자 수지 및 광중합개시제를 포함하여 혼합조성된 것을 특징으로 하는 적외선 차단용액.

#### 【청구항 6】

제4항에 있어서;

상기 적외선 차단용액 내의 적외선 차단제용 분말은 입경이 5nm 내지 200nm인 것을 특징으로 하는 적외선 차단용액.

## 【청구항 7】

제5항에 있어서;

상기 적외선 차단용액 내의 적외선 차단제용 분말은 입경이 5nm 내지 200nm인 것을 특징으로 하는 적외선 차단용액.

## 【청구항 8】

제5항에 있어서;

상기 적외선 차단제용 분말의 함유량이 적외선 차단용액의 중량비 5 내지 70%인 것을 특징으로 하는 적외선 차단용액.

## 【청구항 9】

제5항에 따른 적외선 차단용액이 베이스기재의 표면에 코팅되어 형성된 것을 특징으로 하는 적외선 차단제.

## 【청구항 10】

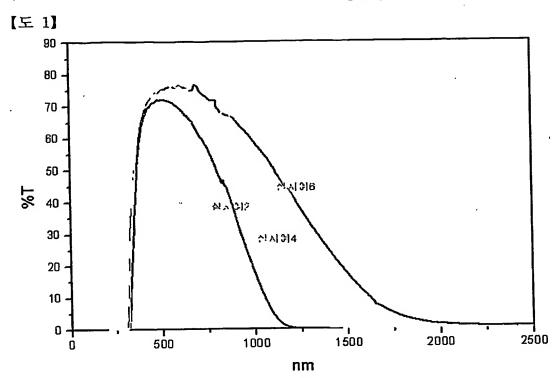
제9항에 있어서;



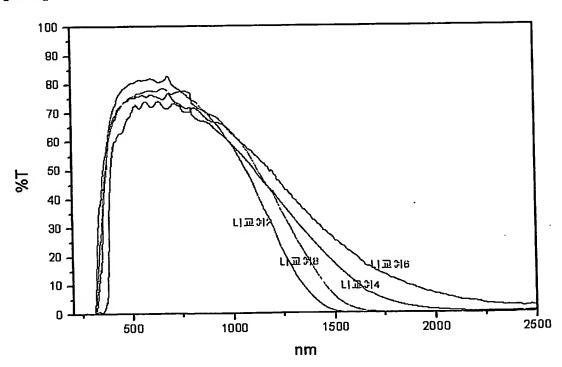
상기 적외선 차단제의 어느 일측면에는 점착층이 형성된 것을 특징으로 하는 적외선 차단제.





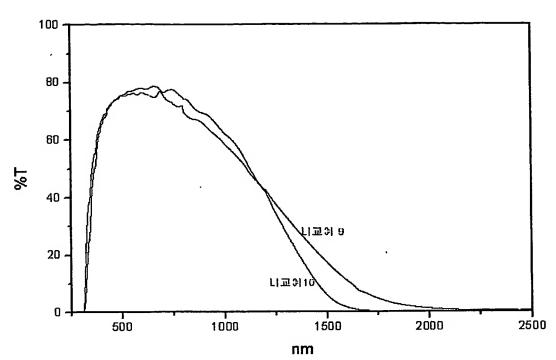












# This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

×	BLACK BORDERS
×	IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
Ø	FADED TEXT OR DRAWING
a	BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
a	SKEWED/SLANTED IMAGES
×	COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
٥	GRAY SCALE DOCUMENTS
<b>a</b>	LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
	REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
	OTHER:

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning documents will not correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox